

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号
特表2001-510430
(P2001-510430A)

(43) 公表日 平成13年7月31日 (2001.7.31)

(51) Int.Cl.⁷
C 0 3 B 37/012

識別記号

F I
C 0 3 B 37/012

テームト* (参考)

A

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 31 頁)

(21) 出願番号 特願平10-533034
(86) (22) 出願日 平成10年1月29日 (1998.1.29)
(85) 翻訳文提出日 平成11年8月5日 (1999.8.5)
(86) 国際出願番号 PCT/US98/01639
(87) 国際公開番号 WO98/33746
(87) 国際公開日 平成10年8月6日 (1998.8.6)
(31) 優先権主張番号 08/795,687
(32) 優先日 平成9年2月5日 (1997.2.5)
(33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 コーニング インコーポレイテッド
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14831
コーニング リヴァーフロント プラザ
1
(72) 発明者 パーキー, ジョージ イー
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14871
バイン シティー アールディー ナン
パー2 リレイ ヒル ロード 11551
(74) 代理人 弁理士 柳田 征史 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 屈折率の減少したコア領域を有する光ファイバの製造方法

(57) 【要約】

管(36)が別の管(27)に接続されている。棒材(22)がこの別の管(27)内に配置されている。スート(28)が別の管(27)の外側に析出される。気体(55)が別の管(27)を通して流動される。次いで、この構造体(32)が潰され、それによって、光ファイバ母材が形成される。

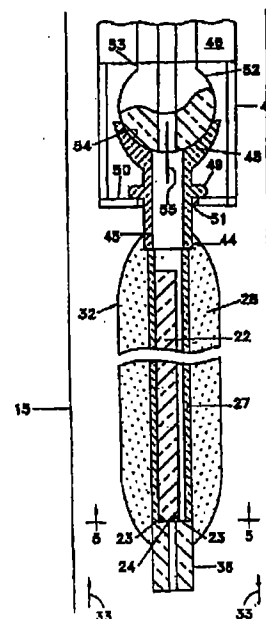


FIG. 4

【特許請求の範囲】

1. ガラス製品を製造する方法であって、

中実の非多孔質ガラスコア棒材を中実の非多孔質ガラス管中に挿入して、アセンブリを形成し、該管が外面、第一と第二の端部、および半径を有し、該管がその半径に含まれる範囲全体に亘りドーパントを含有し、

前記アセンブリを炉中に挿入し、

該アセンブリ全体を加熱し、

前記管の第一の端部から、該管と前記棒材との間を通して、該管の第二の端部の外へと中心線ガスを流動させ、該中心線ガスが、100%の塩素および希釈ガスと混合された塩素からなる群より選択され、

前記管を前記棒材上に潰して、アセンブリを形成し、前記中心線ガスの流動を、軟化されたガラス部材の潰れにより中断されるまで続け、

該アセンブリからガラス製品を形成する各工程を含むことを特徴とする方法

。

2. 延長管が前記管の第二の端部に融着され、該管を前記棒材上に潰す工程の最中に、前記中心線ガスを流動させる工程が、該延長管の潰しにより中断されるまで続けられることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。

3. 前記アセンブリを加熱する工程の前に、ガラス粒子のコーティングが前記管の外面上に析出され、前記潰しの工程が、前記被覆管および前記棒材を含む前記アセンブリを加熱して、該コーティングを焼結する工程を含み、それによって、該管を該棒材上に潰し、融着させる放射状に内側に向けられた力を生じることが特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。

4. ハンドル管が前記非多孔質ガラス管の第一の端部に融着され、前記ガラス粒子のコーティングが該ハンドル管上に延在することを特徴とする請求の範囲第3項記載の方法。

5. 前記中心線ガスの供給源が、前記管の第一の端部に継続的に接続され、該管を前記棒材上で潰す工程が、該管の第二の端部から始まり、該管の第一の端部で終わる、該管の進行領域を高温に曝すことを含み、該管の第二の端部で始まり、該管の第一の端部まで続く、該管の進行領域が前記棒材上で潰れることを

特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。

6. 流動工程の最中に、前記アセンブリが1600℃未満の温度まで加熱されることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
7. 前記ガラス管が、その中を通る長手方向の開口を有する管状多孔質ガラス母材を形成し、フッ素含有ガスを該開口中に流動させ、前記多孔質母材の細孔を通して流出させ、該多孔質ガラス母材を熱処理して、非多孔質フッ素ドーブト管に焼結させる各工程により形成されることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
8. 前記フッ素含有ガスが希釈物を含まないことを特徴とする請求の範囲第7項記載の方法。
9. 前記管を潰す工程が、前記炉内で行われることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
10. 前記管を前記棒材上に潰す工程の最中に、該棒材と該管との間の領域が真空排気されていることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
11. 前記中心線ガスが100%の塩素からなることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
12. 前記中心線ガスが、50容積%より多くの塩素を含み、その残りが希釈ガスであることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
13. 前記中心線ガスの供給源が、前記管の第一の端部に継続的に接続され、該管の第二の端部が、該管の第二の端部が潰れ、該中心線ガスのさらなる流動が妨げられるほど十分に高い温度に曝されることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
14. 前記加熱および流動工程が、前記棒材と管との隣接表面を、該隣接表面からガラスを除去せずに洗浄することを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
15. 前記アセンブリが前記加熱および流動工程の最中に垂直に支持され、それによって、前記中心線ガスが前記流動工程の最中に前記コア棒材の周囲全体の周りに流動することを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
16. 前記棒材が、前記管の第一の端部により支持される拡大端部を有することを特徴とする請求の範囲第15項記載の方法。

17. 前記アセンブリが、前記管の第一の端部に融着されたハンドルにより支持されることを特徴とする請求の範囲第14項記載の方法。
18. 前記棒材がゲルマニアドープトシリカ棒材であり、前記管がフッ素ドープトシリカ管であることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
19. 前記ガラス製品が光ファイバであることを特徴とする請求の範囲第1項記載の方法。
20. 光ファイバ母材を製造する方法であって、
ガラス管の第二の端部に延長管を融着させ、
該ガラス管中にガラスコア棒材を挿入して、アセンブリを形成し、該管が外面、第一と第二の端部、および半径を有し、該管がその半径の範囲全体に亘りドーパントを含有し、
前記アセンブリ全体を加熱し、
前記管の第一の端部から、該管と前記棒材との間を通して、該管の第二の端部の外に中心線ガスを流動させ、該中心線ガスが、100%の塩素および希釈ガスと混合された塩素からなる群より選択され、
該管を該棒材上に潰して、アセンブリを形成し、前記中心線ガスを流動させる工程を、前記延長管の潰れにより中断されるまで続け、
該アセンブリにクラッドガラス層を設ける各工程を含むことを特徴とする方法。
21. ガラス製品を製造する方法であって、
外面、第一と第二の端部、および半径を有する中実の非多孔質ガラス管を提供し、該管がこの半径の範囲全体に亘りドーパントを含有し、
該ガラス管の外面上にガラス粒子のコーティングを析出させ、該ガラス粒子が焼結温度を有し、
該ガラス管中に中実の非多孔質ガラスコア棒材を挿入して、被覆アセンブリを形成し、
該被覆アセンブリを炉のマッフル中に挿入し、
該炉のマッフルを通して塩素含有マッフルガスを流動させ、
前記管の第一の端部から、該管と前記棒材との間を通して、該管の第二の端

部の外に中心線ガスを流動させ、該中心線ガスが、100%の塩素および希釈ガスと混合された塩素からなる群より選択され、

前記被覆アセンブリを前記ガラス粒子の焼結温度より低い温度まで加熱し、

その後、該被覆アセンブリを前記コーティングを焼結するのに十分な温度まで加熱し、それによって、前記管を前記棒材上に潰し、これに融着させる放射状に内側に向けられた力を生じさせ、それによって、焼結アセンブリを形成し

、
該アセンブリからガラス製品を形成する各工程を含むことを特徴とする方法

22. 前記ガラス製品が光ファイバであることを特徴とする請求の範囲第21項記載の方法。

23. ガラス製品を形成する工程が、前記焼結アセンブリにクラッド層を設けて、線引きブランクを製造し、該線引きブランクを線引きして、光ファイバを形成する段階を含むことを特徴とする請求の範囲第21項記載の方法。

24. 前記中心線ガスの供給源が前記管の第一の端部に継続的に接続され、前記被覆アセンブリを前記コーティングを焼結するのに十分な温度まで加熱する工程が、前記管の第二の端部から始まり、該管の第一の端部で終わる、該被覆アセンブリの進行領域を高温に曝すことを含み、それによって、前記ガラス粒子が焼結されるときに、前記管の第二の端部で始まり、該管の第一の端部まで続く、前記管の進行領域が前記棒材上に潰れ、前記中心線ガスが、該管の第二の端部が前記棒材上に潰れたときに流動を停止させることを特徴とする請求の範囲第21項記載の方法。

25. 前記ガラス管が、フッ素およびホウ素からなる群より選択されるドーパントを含有することを特徴とする請求の範囲第21項記載の方法。

26. 前記ガラス管が、中を通る長手方向の開口を有する管状多孔質ガラス母材を形成し、該開口中から、該多孔質母材の細孔を通して外にフッ素含有ガスを流動させ、該多孔質ガラス母材を熱処理して、非多孔質フッ素ドーパント管に焼結する各工程により形成されることを特徴とする請求の範囲第25項記載の方法。

27. 前記管内のフッ素の量が、該管に、シリカに関して-0.5%未満の Δ 値を与

えるのに十分であり、ここで、 $\Delta n = (n_s^2 - n_g^2) / (2 n_s^2)$ 、 n_s は前記フッ素ドープトガラスの屈折率であり、 n_g はシリカの屈折率であることを特徴

とする請求の範囲第26項記載の方法。

28. 前記中心線ガスが100%の塩素からなることを特徴とする請求の範囲第21項記載の方法。

29. 前記アセンブリが、加熱および流動工程の最中に垂直に支持され、それによって、前記中心線ガスが流動工程の最中に前記コア棒材の周囲全体の周りに流動することを特徴とする請求の範囲第21項記載の方法。

30. 光ファイバ母材を製造する方法であって、
 中を通る長手方向の開口を有する管状多孔質ガラス母材を形成し、
 該母材を加熱し、
 該開口から、前記多孔質母材の細孔を通して外に、完全にフッ素含有化合物からなる中心線ガスを流動させ、それによって、高濃度のフッ素が該母材の細孔中に含まれ、
 該多孔質母材を加熱して、非多孔質フッ素含有ガラス管に焼結させ、
 該フッ素ドープト管中に円柱形状のコア棒材を挿入し、
 該管を該コア棒材上に収縮させ、
 該コア母材と該管との間の界面を融着させる各工程を含むことを特徴とする方法。

31. 前記フッ素ガラスガラス管中のフッ素の量が、該管に、シリカに関して-0.5%未満の Δ 値を与えるのに十分であり、ここで、 $\Delta n = (n_s^2 - n_g^2) / (2 n_s^2)$ 、 n_s は前記フッ素ドープトガラスの屈折率であり、 n_g はシリカの屈折率であることを特徴とする請求の範囲第30項記載の方法。

32. 前記フッ素ガラスガラス管中のフッ素の量が、該管に、シリカに関して-0.7%未満の Δ 値を与えるのに十分であり、ここで、 $\Delta n = (n_s^2 - n_g^2) / (2 n_s^2)$ 、 n_s は前記フッ素ドープトガラスの屈折率であり、 n_g はシリカの屈折率であることを特徴とする請求の範囲第30項記載の方法。

【発明の詳細な説明】**屈折率の減少したコア領域を有する光ファイバの製造方法****関連出願の説明**

本出願は、1994年12月20日に出願された米国特許出願第08/359,392号の一部継続出願である。

発明の背景

本発明は、棒材および管を、それらの間の界面で種結晶 (seeds) が実質的に全く形成されないように融着させることによりガラス製品を製造する方法に関するものである。本発明の方法は、低損失光ファイバ、特に、シリカに対して屈折率の減少した環状領域をコアを含む光ファイバの製造に有用である。

W分布、セグメント化コア分布等のような屈折率分布を有する光ファイバが所望の分散特性を有している。様々な種類の分散改良光ファイバの教示について、米国特許第4,715,679号および第5,031,131号を参照のこと。これらの種類の屈折率分布を有するファイバは、しばしば、そのコアが異なる屈折率の層を備えた単一モードファイバを形成できるプラズマCVD工程のような化学的気相溶着 (CVD) 工程により製造されている (例えば、図7および8参照)。そのような工程では、比較的小さな母材が製造される。ファイバの製造コストを減少させるために、比較的大きな母材または線引きブランクを製造する外付け溶着 (OVD) 工程により分散改良光ファイバ母材を形成することが有利である。

そのようなファイバを形成する典型的なOVD工程が米国特許第4,629,485号に開示されている。この特許によれば、ゲルマニアドープト (doped: 添加されたの意味) シリカ棒材を形成し、延伸させて、その直径を減少させる。一片の棒材が、純粋なシリカガラス粒子またはスートをその上に析出させるマンドレルとして用いられる。形成された複合構造体を、その中をフッ素含有ガスが流動する固結 (乾燥および焼結) 炉内で加熱する。したがって、スートにフッ素がドーブされ、このスートは棒材上で焼結される。一つ以上の追加のガラス層をこのフッ素ドープトシリカ層の外面に形成して、それからファイバを線引きできるブランクを形

成する。

スートを、それによって、フッ素がフッ素含有マッフルガスのみにより多孔質母材に供給される上述した方法にしたがって焼結する場合、そのフッ素濃度（フッ素含有層の Δ により測定された）がある所望の光学特性を提供するのに十分ではない。マッフルガスドーピングにより達成される典型的なフッ素濃度により、 SiF_4 がフッ素含有成分であるときに $-0.4\% \Delta$ が提供される。上述した工程により製造される SiF_4 の最大デルタ値は、 $-0.5\% \Delta$ である。

本発明のある態様は、その環状領域が、シリカに関する環状領域のデルタ値が $-0.5\% \Delta$ よりも小さくなるのに十分な量のフッ素がドーブされたシリカからなる光ファイバ母材を製造する方法に関するものである。

ここで用いているように、屈折率 n_s および n_c を有する二つの材料間の相対的屈折率差である記号 Δ_{sc} は、以下のように定義される：

$$\Delta_{sc} = (n_s^2 - n_c^2) / (2 n_s^2) \quad (1)$$

単純に表現するために、 Δ はしばしばパーセント、すなわち、 Δ の100倍で表される。ここでの議論において、 n_s はフッ素ドープトガラスの屈折率であり、 n_c はシリカの屈折率である。

本発明の別の態様は、フッ素ドープトガラスおよび／またはホウ素ドープトガラスの管をコアガラスの棒材上に、これら二つの部材間に形成される界面の融着中に、種結晶が実質的に全く形成されないように潰すことに関するものである。

フッ素ドープトシリカ管をゲルマニアドープトシリカ棒材上に潰す場合、これら二つの部材間に形成された界面には、これまで、多くの種結晶を含んでおり、形成された母材またはブランクの多くから、使用できない光ファイバが製造される。そのような種結晶の形成は、ゲルマニアドープトシリカ棒材および純粋なシリカ管のような他のガラス組成物から形成された部材を融着して母材を形成する場合、それほど広く認められない。

米国特許第4,668,263号には、フッ素ドープト内側層を有するシリカ管をシリカ棒材の表面上に潰す方法が開示されている。この特許によれば、潰す工程は、管を回転させ、この管を長手方向に移動するバーナーからの炎で加熱する工程を伴う。この技術を用いて、ファイバのコア領域または光伝搬領域の一部として、

外

面を含むフッ素ドープト管全体を使用する種類の分散改良ファイバを設計することには用いることができない。その理由は、炎がガラスを濡らし、すなわち、ヒドロキシル汚染を導入し、形成されたファイバが、ヒドロキシルイオンによる減衰が大きい波長での作動に適さなくなることである。この方法のさらなる欠点は、1900℃未満にはならないという、その炎の温度に関するものである。そのような高温では、その工程の制御が難しくなる。母材の軸は、非線形となったり曲がったりすることがある。コアの棒材がゲルマニアドープトガラスのようなやわらかいガラスである場合には、この棒材は管よりも柔らかくなることがある。この結果、非円形コアが形成されたり、形成されたファイバの外面と同心ではないコアが形成されたりすることがある。

米国特許第4,846,867号には、フッ素ドープトシリカ管をシリカ棒材の表面上に潰す方法が開示されている。この管を潰す工程の前に、ガス相エッチング剤が、管が炎により加熱されている間に、棒材と管との間の間隙に流される。特定の実施例において、 SF_6 がエッチング剤である場合、 SF_6 、 Cl_2 および酸素の気体混合物（容積で1：1：6の比率）が棒材と管との間の間隙に導入される。そのような気体混合物により、その棒材および管の処理された表面からガラスが除去され、このようにして、棒材／管界面に新たな表面が形成される。前記塩素は、フッ素含有エッチング剤により生成される水を除去するのに十分な量で存在する。その後、形成された母材の外面を、乾燥され、フッ素がドーブされ、焼成されて、そこから光ファイバを線引きするブランクを形成するシリカスト粒子で被覆する。気相エッチング工程中に管に向けられた炎が、管の外面に水を導入する。その水から生じるファイバの減衰は高い。ある例に関する1380nmでの減衰は、酸水素炎の母材との接触による30dB/kmである。

発明の概要

本発明の目的は、ガラス母材の第一と第二の隣接層を、それらの界面に種結晶が実質的に含まれないように接合する方法を提供することにある。さらなる目的は、ガラス母材内の隣接領域にコア領域を接合する改良方法を提供することにあ

る。別の目的は、棒材と管の隣接表面を、管の外面が水で汚染されないような様式で洗浄する工程により管内に棒材が含まれた母材を製造する方法を提供することにある。

さらに別の目的は、棒材と管の隣接表面からガラスを除去する必要なく光ファイバ母材内の棒材および管の間に種結晶のない界面を形成する方法を提供することにある。さらに別の目的は、OVD技術により負の高デルタを有するフッ素ドープトシリカガラスを製造する方法を提供することにある。

本発明は、ガラス製品を製造する方法に関するものである。この方法は、非多孔質ガラスコア棒材を非多孔質ガラス管中に挿入して、炉に挿入されるアセンブリを形成する工程を含む。このアセンブリ全体は加熱されている間に、中心線塩素含有ガスが、管の第一の端部から、管と棒材との間を通して、管の第二の端部の外に流される。その後、管が棒材の上に潰されて、光ファイバのようなガラス製品に形成することのできるアセンブリが形成される。管を潰す工程は、塩素洗浄工程が行われるのと同じ炉内で実施しても差し支えない。

棒材および管の隣接表面は、そのアセンブリが炉内にある間に中心線ガスにより洗浄されるので、管の外面は、洗浄工程の最中にアセンブリを加熱するのに炎が用いられた場合に存在する水により汚染されていない。

この方法は、屈折率が減少した環状領域を備えたコアを有する光ファイバを形成するのに特に適している。

前記管は、フッ素またはホウ素がドーブされたシリカから形成しても差し支えない。これらの物質の両方をシリカに加えて、その屈折率を減少させることができる。フッ素は、 B_2O_3 による減衰がファイバの用途を約1200nm未満の波長に制限するので好ましいドーパントである。

フッ素をドーブした管を提供するために、フッ素含有ガスを、多孔質の円筒形状のガラス母材の開口中からその細孔を通して外に流す。この多孔質ガラス母材を加熱して、これを非多孔質フッ素ドープト管に焼結させる。

本発明のさらなる態様は、高含有量のフッ素を含む環状領域を有するガラス製品を製造する方法に関するものである。管状の多孔質ガラス母材を最初に形成する。この母材を加熱し、中心線ガスを母材の長手方向の開口中からその細孔を通

して外に流す。この中心線ガスは、完全にフッ素含有化合物からなり、それによって、高濃度のフッ素が母材の細孔中に含まれるようになる。前記多孔質母材を加熱して、これを非多孔質フッ素含有ガラス管に焼結する。円柱状のコア棒材を

フッ素ドーブト管中に挿入する。次いで、この管をコア棒材上に収縮させ、コア母材と管との間の界面を融着させる。光ファイバのような製品を、得られた母材から形成することができる。

図面の簡単な説明

図1は、マンドレル上への多孔質ガラス母材の形成を示している。

図2は、多孔質ガラス母材の焼結を示している。

図3は、フッ素ドーブトガラス管へのガラス粒子コーティングの適用を示している。

図4は、図3の方法により形成されたアセンブリを固結し、融着する装置の断面図である。

図5は、図4の線5-5に沿って取られた断面図である。

図6は、図4に示した焼結／融着工程から形成された融着アセンブリの断面図である。

図7および8は、本発明の方法により製造することのできる光ファイバの屈折率分布の実例である。

図9は、管が延伸され、棒材上に潰される、線引き炉の断面図である。

図10は、管36の閉塞を示す断面図である。

好ましい実施の形態の説明

本発明の方法を用いて、屈折率減少ドーパントを含有する少なくとも一つの環状領域を有する光ファイバ母材を製造することができる。基本的に、この方法は、(a)全半径に亘り屈折率減少ドーパントを含有する中実で非多孔質のガラス管を製造し、(b)中実で非多孔質のコアガラス棒材をこの管中に挿入し、(c)少なくとも50容積パーセントの塩素を含有する気体を棒材と管との間に1600℃以下の高温で流動させることにより、棒材と管の隣接表面を洗浄し、(d)管を棒材上に潰し、(e)形成された構造体に、そこから光ファイバを線引きするガラス製品を形

成するのに十分な量のクラッドを加える各工程を含む。形成されたファイバのコアは、内側コア領域および屈折率の減少した領域を備え、必要に応じて、他の隣接する環状領域を備える。

工程(a)から(e)は、必ずしも、記載した順番に実施する必要はない。ある実施

の形態において、前記管をスートコーティングによりオーバークラッドさせ、工程(c)および(d)を同じ炉内で行い、オーバークラッドされた母材を最初に、塩素洗浄を行うのに十分な温度に曝し、次いで、温度を上昇させて、スートを焼結し、この管を棒材上で潰し、融着させている。

ファイバの減衰は、内側コアと、工程(c)により形成した屈折率減少領域との間の界面での種結晶の数が少ない結果として低い。約1380 nmの水ピークでのファイバ減衰は、前記管が工程(c)および(d)において炎で加熱されていないので、低い。本発明の方法により製造されたファイバは、1380 nmで約1 dB/kmの過剰損失を示す。1380 nmでのレイリー散乱損失は、コア/クラッドデルタに依存する。例えば、ファイバが1380 nmで約0.4-0.5 dB/kmのレイリー散乱損失を有する場合には、その損失は、水ピークが加えられた後では1380 nmで約1.5 dB/kmである。

本発明のある実施の形態において、屈折率の減少した環状母材領域にフッ素をドーピングさせる。図1および2は、フッ素ドーピングガラス管を製造する方法を示している。マンドレル10が管状ハンドル11を通して挿入されている。マンドレル10は、この方法の後の工程に有用であるように十分に大きな内径を有する管を製造するために、比較的大きな直径を有している。マンドレル10は、回転している間に、スート生成バーナー13に関して平行移動もし、それによって、多孔質ガラス母材12がこのマンドレル上に蓄積する。

標準的なボールジョイントハンドル44（詳細に関しては、図3のハンドル44参照）をハンドル11に融着し、母材12をそのハンドルにより固結炉15内に吊り下げる。焼結は、 SiF_4 、 CF_4 、 C_2F_6 等のようなフッ素含有中心線ガスを含む雰囲気内で行う。 SiF_4 は、より高レベルのフッ素ドーピングを与える傾向にあるが（典型的には、 $-0.7\% \Delta$ を生じ、時々約 -0.8% のデルタを生じる）、この

ドーパントは、形成されたガラス中の水レベルを上昇させる。フッ素含有ガラス中のそのような高含水レベルは、ファイバコアがシリカクラッドに関して比較的高い Δ 値を有する場合には緩和することができ、それによって、ファイバの環状フッ素含有領域中にはほとんどパワーは伝搬しない。CF₄により、より乾燥したガラスが得られるが、SiF₄を用いることにより得られる高ドーパントレベルは得

られない。多孔質スート母材12が純粋なシリカから形成される、すなわち、ブランク内に不利に拡散することのあるゲルマニアのようなドーパントがないので、この工程に高濃度のフッ素を使用することができる。焼結により形成された管は、フッ素含有ガスが、管の開口18中に（矢印16）流入し、それによって、多孔質ガラスの全体と最大の接触が達成される多孔質ガラス母材の細孔中から流出するので、そして、この中心線ガスが、ヘリウム、塩素等のような希釈物を全く含まない純粋な気体フッ素化合物からなることができるので、比較的高濃度のフッ素を含有している。また、中心線流により多孔質母材中に導入される唯一のドーパントはフッ素である。最初に焼結される多孔質母材の端部は、好ましくは、毛管19を含有して、マッフルガスが母材の開口に侵入し、ほとんどの中心線ガスがこの母材の間隙を通して流出するのを防ぐ。フッ素含有ガスは、矢印17により示されるように、炉のマッフル15を通して流動する。このマッフルガス17は、好ましくは、ヘリウムのような希釈ガスおよび母材を乾燥させるのに十分な量の塩素を含有するが、中心線ガス16は、好ましくは、気体フッ素化合物のみからなる。しかしながら、中心線ガス16はまた、ヘリウムおよび塩素のような一種以上希釈ガスを含有しても差し支えない。塩素の流動は、所望の含水量が達成された後であって、多孔質母材が焼結される前に中断しても差し支えない。管19は、形成されたフッ素ドーブト管から切断される。得られたフッ素ドーブト管を延伸または再線引きして、内径を所望のサイズに減少させることができる。管を延伸させる場合には、この管をその上にスートを析出させるのに適した長さに切断しても差し支えない。

ホウ素ドーブト管27は、フッ素ドーブト管よりも、製造するのが簡単である。

例えば、多孔質 $\text{SiO}_2\text{-B}_2\text{O}_3$ 母材を、図1に関して記載したようにマンドレル上に形成し、 BCl_3 を SiCl_4 と共にバーナーに供給しても差し支えない。マンドレルを取り除いて、長手方向の開口を残し、母材を固結炉内に配置する。毎分40標準リットル (standard liters per minute:slpm) のヘリウムのマッフルガスを炉のマッフルを通して上方に流動させ、1slpmのヘリウムおよび毎分75標準立方センチメートル (standard cubic centimeters per minute:scm) の塩素の中心線ガスを前記開口に流入させる。この母材は、乾燥した後、焼結させる

る。得られた管を上述したように延伸させることができる。

図3に示したように、標準的なすり合せハンドル44 (より詳しくは、図4参照) を所定の長さのフッ素ドープトまたはホウ素ドープト管27の一方の端部に融着させる。短い長さのシリカ管36が、好ましくは、管27の反対の端部に融着されている。次いで、管27を、これを回転させ、スート生成バーナー13に関して平行移動させる旋盤に取り付ける。ガラススートの粒子が、管27上に融着され、コーティング28を蓄積させる。シリカ管36は、旋盤のチャックにより固定されていた場合に管27の端部にスートコーティング28を融着できないことにより生じていたフッ素管の廃物を減少させる目的に用いられている。

コーティング28は、以下の理由のためにハンドル44に隣接する管27の一部に亘り延在している。続いての焼結工程中に、ハンドル44に隣接する管27のその部分が焼結温度に曝されたときに、その粘度が、管27のその部分が被覆されていなかった場合には、スート被覆管の重量を支持できないほど十分に低くなる、すなわち、その構造体が固結炉中に滴下してしまう。しかしながら、スートがハンドル44の隣接部分に亘り延在しているので、ハンドル44に隣接する管27の全端部が覆われている。したがって、シリカスートが管27の上に十分に強い層を形成して、焼結工程中に構造体を支持する。

一つのコーティング28が示されているけれども、複数のスートコーティングを析出させても差し支えなく、各々のコーティングの屈折率は、形成される光ファイバの所望の屈折率分布に依存する。図7の半径 r_1 および r_2 の間の屈折率分布

を形成するために、スートコーティング28は純粋な SiO_2 からなっているとしても差し支えない。図8の半径 r_1 および r_3 の間の屈折率分布を形成するために、 GeO_2 ドーパント SiO_2 の第一のスートコーティングを管27の上に析出させ、続いて、純粋な SiO_2 からなる第二のスートコーティングを析出させても差し支えない。

図4を参照する。スート被覆管を旋盤から取り外し、中実ガラスコア棒材22をハンドル44を通して管27中に挿入して、アセンブリ32を形成する。棒材22は、管36が比較的小さな内腔を有しているので、その管を越えて落ちることがない。管36を用いない場合には、管27を加熱し、内側にテーパ状にして、棒材22を保持するのに十分に小さな内径の領域を形成しても差し支えない。あるいは、わずかな

な変形または拡大を棒材の上側端部に施して、管27の頂部により保持されるようにしても差し支えない。棒材22は、好ましくは、管27の屈折率よりも大きい屈折率を有するガラス、例えば、純粋なシリカまたは GeO_2 、 P_2O_5 等がドーパされたシリカから形成されている。棒材22は、その所望の屈折率分布に依存して、内付け化学気相溶着(MCVD)、気相軸付け(VAD)および外側気相溶着(OVD)のような様々な既知の技術のうちのいずれの一つにより形成することができる。OVD技術により製造できる分布の二つが、図7および8の半径 r_1 内の中央領域である。図7の中央領域は半径方向に減少する分布であり、一方で、図8のものは、実質的にステップ型の分布である。特定の分散変調特性のような様々な種類の光学特性を有する光ファイバを製造するために、ファイバの中央部分は、放射状勾配等のような異なる屈折率を有していてもよい。フッ素ドーパント管の半径よりも大きい半径の追加の層も、分散のような光学特性に影響を与える。

ハンドル44が、固結炉15中に挿入するために、支持管46から吊り下げられている。ハンドル44は、その上側端部のフレア状ジョイント48およびジョイント48から間隔の置かれた環状拡大部49を有するガラス管45を備えている。支持管46は、その端部に形成された、スロットを有するハンドルを備えている。管46の端部領域47の一方の側がハンドル44の上側端部を受け入れるように取り外されて、管

45の隣接部分がスロット51中に挿入されるときに、拡大部49がスロットの形成された基部50上に配置される。ジョイント48の空洞54に嵌合するボールジョイント52がガス導入管53の端部にある。

アセンブリ32が固結炉15内で加熱されている間に、乾燥ガスがこの炉を通過して上方に流動する(矢印33)。この乾燥ガスは従来、塩素およびヘリウムのような不活性ガスの混合物からなる。塩素含有ガス流(矢印55)が管53から管27中に流動する。ガス流55はヘリウムのような希釈物を含んでいても差し支えないが、洗浄目的には、100%の塩素が好ましい。このガス流は乾燥ガスからなり、それによって、熱処理中にアセンブリ32の近傍には水が存在しない。ガスは購入乾燥(purchased dry)であっても差し支えない。さらに、マッフルガスに使用するヘリウムもまた、乾燥器に通される。

棒材22の直径は管27の内径よりもわずかに小さいので、塩素は棒材22の全周囲を下方に流動し、管36を通過して排出される。棒材22の下方端部を通過する塩素の流動を促進させるために、この端部には、その底面の周囲に一つ以上のスロット23を設けても差し支えない(図4および5)。塩素は、熱い化学洗浄剤の機能を果たす。この熱い塩素の洗浄工程中、その温度は、棒材22と管27との間の空間が、必要とされる洗浄が行われるのに十分な時間に亘り開いたままとなるようにスートコーティング28の焼結温度より低い。この塩素洗浄工程は、高温でより効果的である。洗浄工程の温度は、より低い温度では、この工程の期間が産業目的のためには望ましくないほど十分に長くなってしまいうので、少なくとも1000℃であることが好ましい。明らかに、工程の時間が重要ではない場合には、より低い温度を用いても差し支えない。この温度は、上述した理由のために1600℃を越えるべきではなく、好ましくは、1500℃以下である。フッ素管と棒材22との間の熱い塩素の流動は、これにより、二つの部材の表面をそれらの界面で種結晶が形成されずに接合できるという点で非常に有益である。種結晶は、形成された光ファイバにおいて減衰を生じることのある気泡および不純物のような欠陥を含む。中心線ガス流55は、管36が図10に示したように潰され始めるまで続く。

スートコーティング28が焼結されるときに、管27に半径方向内側に力を加え、

それによって、その管を棒材22に対して内側に押し付けて、三つの領域22、27および28'が完全に融着された融着アセンブリ38（図6参照）を形成する。比較的低密度のスートが内側に向けられたより大きい力を提供する。しかしながら、スートコーティングは、亀裂を避けるように十分に密でなければならない。

管36を使用する必要はなく、それによって、管27内に棒材22を保持する他の手段を用いることが以前に示された。例えば、棒材22は、図9に示したように拡大された端部により吊り下げられても差し支えなく、または管27の下方端部に熱処理を施し、その直径を棒材22を固定するのに十分に小さくしても差し支えない。管22が存在しない場合には、スートコーティング28の焼結により、管27の下方端部が棒材27上で潰れ、中心線ガス55がさらに流動するのが妨げられる。

融着アセンブリ38は、層28'が外側領域を形成している光ファイバに直接的に線引きすることができる。あるいは、光ファイバを線引きする前に、融着アセンブリ38に追加のクラッドを設けても差し支えない。例えば、クラッドスートの追加

のコーティングを、図1および3に示した様式でアセンブリ38上に析出しても差し支えない。この追加のコーティングを乾燥させ、焼結させ、形成された母材を光ファイバに線引きしても差し支えない。

本発明の別の態様によれば、スートコーティング28は管27上に析出されず、管27は炉15内で棒材22上に潰されない。棒材22、管27、管36およびボールジョイントハンドル44を含むアセンブリは、塩素が上述したように棒材22と管27との間を流動している間に炉内の高温に曝される。その温度は、好ましくは、約1000℃から1500℃までの範囲内のままであり、部材22および27の表面を化学的に洗浄する。十分な期間が経過して、化学的洗浄が行われた後、洗浄されたアセンブリ63をその炉から取り出し、従来の線引き炉に挿入する（図9）。棒材22の上方端部には、ハンドル44でまたはその近くで狭い領域から吊り下げられる拡大端部65が設けられている。図示した実施の形態において、ハンドル44の下方端部の内径は、管27の上方端部の内径よりも大きい。これによって、拡大部65を支持する棚部が提供される。真空の供給源（図示せず）がハンドル44に接続されている。アセン

ブリ63の下方先端は抵抗加熱器62により加熱されている。アセンブリ63の先端が加熱器62を通過するとき、アセンブリの直径が減少し、管27が棒材22上に潰され、これら二つの部材の間の空間がなくなる。アセンブリ63をさらに線引きすることにより、このアセンブリが、管27が棒材22に融着されているコア母材の棒材66に延伸される。このコア母材の棒材は、クラッドが設けられ、上述したように光ファイバに線引きされる適切な長さの部材に切断される。

1300 nm 辺りの波長で使用するために設計された典型的なステップ型光ファイバは、このファイバが最低の減衰を示す1550 nm の窓内で正の分散を示す。このような系は、1550 nm で負の分散の比較的大きい値を有する分散補正 (DC) ファイバをこのステップ型ファイバと連続して配置することにより、1550 nm の窓での作動に関して改良することができる。以下の実施例は、そのようなDCファイバの製造を説明するものである。

図7に示した屈折率分布を有する単一モードDC光ファイバを以下のように製造した。0.25インチ (0.64mm) のアルミナ棒材を、1.5インチ (3.8 cm) の外径を有するアルミナ管に中心を通して挿入した。ゴム製コルクをアルミナ管の端

部に用いて、アルミナ棒材をその内部の中央に配置した。ハンドル11をアルミナ管の一方の端部の近くに配置した。純粋なシリカスートをアルミナ管とハンドルの一部の上に融着させた。アルミナ管上に多孔質母材を形成する方法の詳細な説明は、米国特許第5,180,410号に見つけられる。

固結前に、標準的なボールジョイントハンドル14をシリカハンドル11に融着した。固結は、図2に関して説明した様式で行った。中心線ガス16は、1.5 s l p m の S i F₄ からなるものであった。マッフルガス17は、20 s l p m の H₂、0.5 s l p m の C l₂ および 1.0 s l p m の S i F₄ からなるものであった。

焼結されたフッ素ドープ管は、約2.4重量%のフッ素を含んでいた (シリカに関する管のΔ値は約-0.7%Δであった)。この管を再度線引きして、外径が約12mmであり、内径が6.1mmである細長い管を形成した。30インチ (76 cm) の長さのフッ素ドープ管27を焼結管から切断した。標準的なすり合せハンドル44を管27の第一の端部に融着した。内径および外径がそれぞれ約3 mmおよび

約12mmである4インチ(10cm)の長さのシリカ管36を管27の第二の端部に融着した。形成された管状構造体の端部を、それを回転させ、火炎加水分解バーナー13に関して平行移動させる旋盤に取り付けた。バーナーの炎内に浮遊されて運ばれる SiO_2 スート粒子を管27上に融着させて、長さが70cmであり、外径が90mmであるコーティング28を形成した。コーティング28は管27の全長に亘り延在し、ハンドル44に沿って約50mmの距離だけ延在した。次いで、被覆された構造体30をその旋盤から取り外した。

以下の方法を用いて、コア棒材22を製造した。アルミナマンドレルの大きな直径の端部をガラス管ハンドル中に挿入した。このマンドレルの外径は、その107cmの長さに亘り5.5mmから6.5mmまでテーパ状となっていた。マンドレルの端部を、それが回転され、平行移動される旋盤内に取り付けた。 GeO_2 ドープト SiO_2 スートをマンドレルおよびハンドルの一部上に析出させた。反応体である GeCl_4 および SiCl_4 を最初に、37重量%の GeO_2 がドープされた SiO_2 から形成されたスートを形成するのに十分な量でバーナーに流動させた。このマンドレルに関するバーナーの各々の通過に関して、 GeCl_4 の流動が減少し、最後の通過で純粋なシリカスートを析出させた。バーナーへの GeCl_4 の流動は、

形成されたファイバ中の GeO_2 濃度の放射状の減少が実質的に放物状であるような様式にしたがって減少した。

スート母材を100mmの厚さまで析出させた後、マンドレルを、ハンドルにより引っ張って取り外し、それによって、長手方向の開口が形成された。毛管をハンドルと反対の多孔質母材開口の端部内に挿入した。この多孔質母材を固結炉内に吊り下げ、1.0slpmのヘリウムおよび50scmの塩素を含む中心線ガスをハンドルを通して母材の開口中に流し、この母材の間隙から排出させた。40slpmのヘリウムを含むマッフルガスを炉を通して上方に流動させた。固結炉の最高温度は、1460℃であった。毛管プラグの開口は、焼結工程中は閉じていた。

焼結された母材を、米国特許第4,486,212号に開示されている様式で真空接続をその上方端部に固定されている間にその先端が2100℃に加熱される線引き装置

内に挿入した。この特許をここに引用する。この母材の端部を、その開口が非常に狭いかまたは完全に閉じているように延伸させた後、この開口を排気した。母材の下方端部が約15 cm/分の速度で下方に引っ張られ、その直径が減少しているときに、排気された開口が潰れた。形成された棒材の直径は、約6 mmであった。形成された延伸棒材の屈折率分布は、図7の軸および半径および r_1 の間のものと同様であった。長さが70 cmの棒材22を延伸した棒材から切断した。二つのスロット23を、続いての固結工程において下方端部を形成すべき棒材22の端部24の周囲に形成した。

棒材22を、その端部24が管36と接触するまでハンドル44を通してフッ素ドープト管27中に挿入し、それによって、図4のスート被覆アセンブリ32を形成した。アセンブリ32のハンドル44を、固結炉中に挿入するために、支持管46から吊り下げた。アセンブリ32を1 rpmで回転させながら、毎分5 mmの速度で固結炉マッフル15中に低下させた。50 s c c mの塩素および40 s l p mのヘリウムを含む気体混合物をこのマッフルを通して上方に流動させた。中心線ガス流55は0.5 s l p mの塩素からなるものであった。この塩素を棒材22の周りに下方に流動させ、管36を通して排気させた。固結炉内の最高温度は、1500°Cであった。アセンブリ32を炉中に下方に移動させたときに、アセンブリの温度は、中心線塩素流が棒材22および管27の隣接表面を洗浄するほど十分に高くなった。アセンブリ32をさら

に炉中に移動させたときに、最初にアセンブリの先端が、次いで、その残りが、コーティング28を焼結するのに十分な1460°Cの温度に曝された。スートコーティング28の焼結中に、管27を部材22に対して内方に押し付け、接触表面が融着され、それによって、融着アセンブリ38が形成された。

アセンブリ38を固結炉から取り出し、線引き炉中に挿入した。この母材の下方端部を約2100°Cまで加熱し、これを線引きして、5.5 mmの直径を有する棒材を形成した。

90 cmの部材を形成された棒材を切断し、これを、クラッドガラススートの追加のコーティングを析出させるためにマンドレルとして機能する旋盤内に支持し

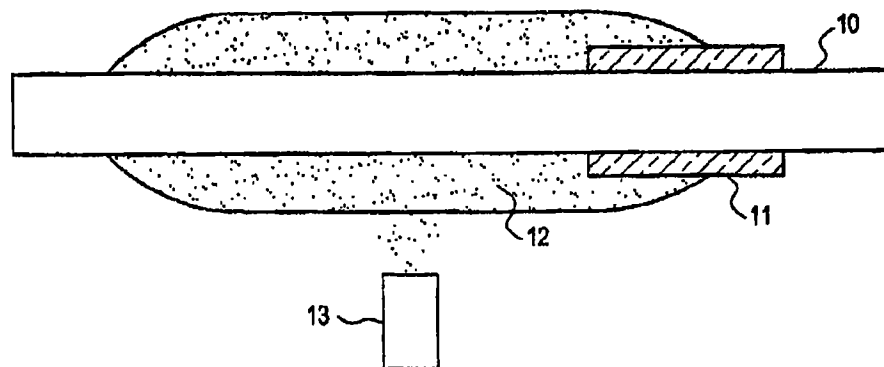
た。100mmの外径を有する SiO_2 粒子の層が析出されて、複合母材が形成されるまで、析出を図1に関して説明した様式で続けた。

形成された複合母材を1450℃の最高温度を有する固結炉中に徐々に挿入した。この炉では、99.5容積%のヘリウムおよび0.5容積%の塩素からなる混合物を炉のマッフルを通して上方に流しながら、この母材を焼結した。その直径が約50mmである、形成された焼結線引きブランクを、その先端が約2100℃の温度に曝される線引き炉中に挿入した。この線引きブランクを線引きして、125 μm の外径を有する分散補正光ファイバを形成した。このファイバの単一モードカットオフ値は、750nmであった。1550nmの波長において、減衰が0.5dB/kmであり、分散が $-90\text{ps}/\text{km}$ より小さかった。この方法により製造されたファイバの分散の最低値は、 $-105\text{ps}/\text{km}$ であった。

本発明の以前には、フッ素管とゲルマニア棒材との間の界面で、これら二つの部材が接合されたときに、種結晶が形成されていた。本発明の工程では、50kmのファイバを生成するブランクがアップセットなく一貫して線引きされた、すなわち、1550nmでのファイバの減衰が一貫して0.5dB/km辺りであったという事実により裏付けられたように、実質的に完全に種結晶が除かれる。

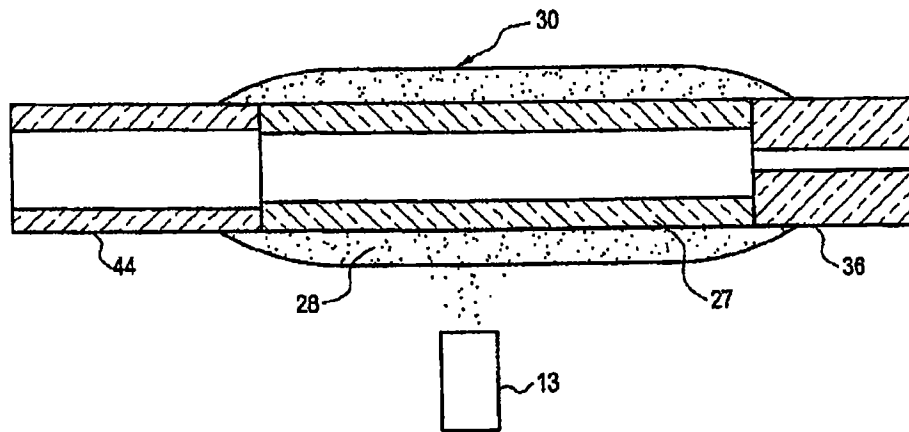
【図1】

FIG.1



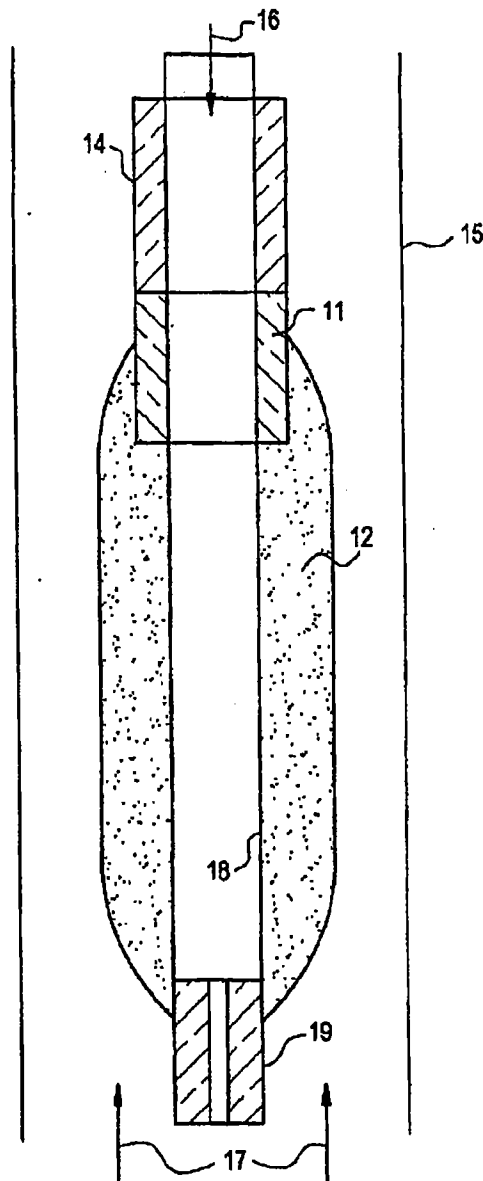
【図3】

FIG.3



【図2】

FIG.2



【図4】

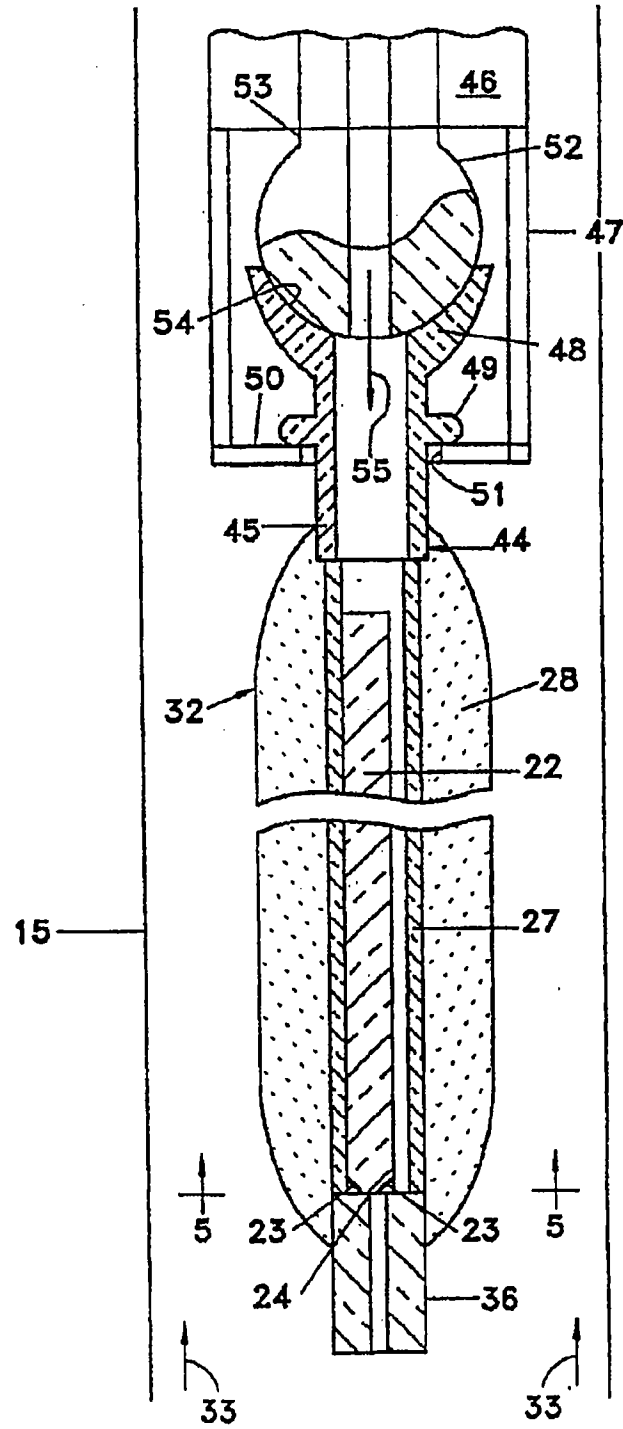
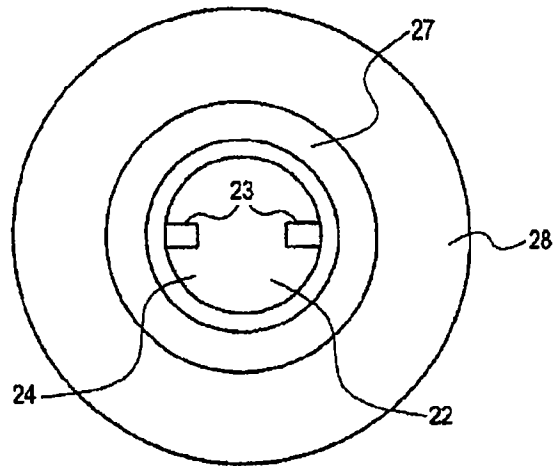


FIG. 4

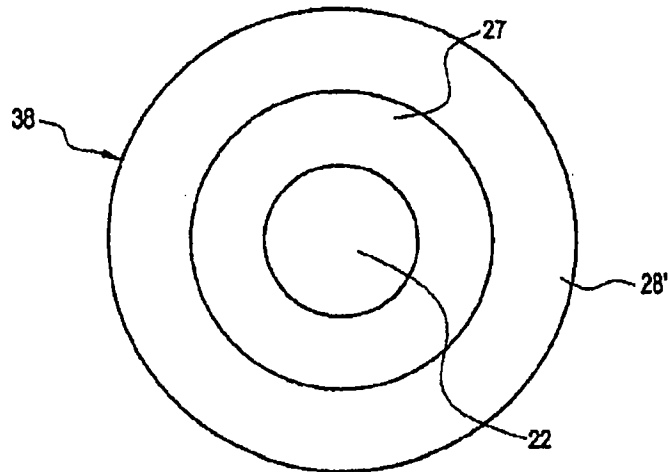
【図5】

FIG.5



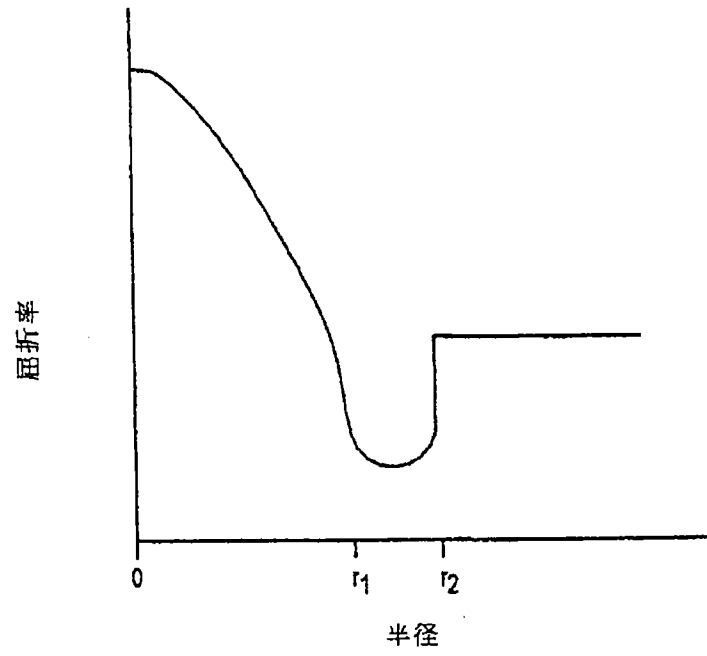
【図6】

FIG.6



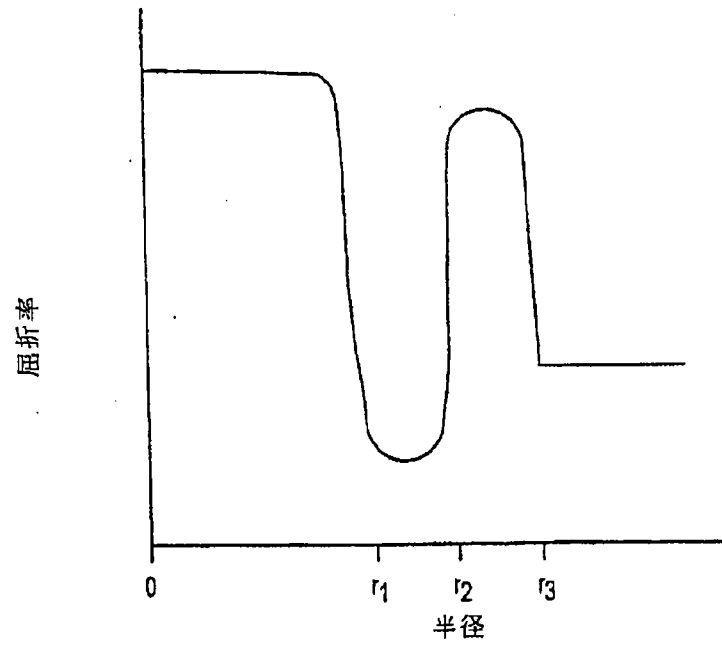
【图 7】

图 7



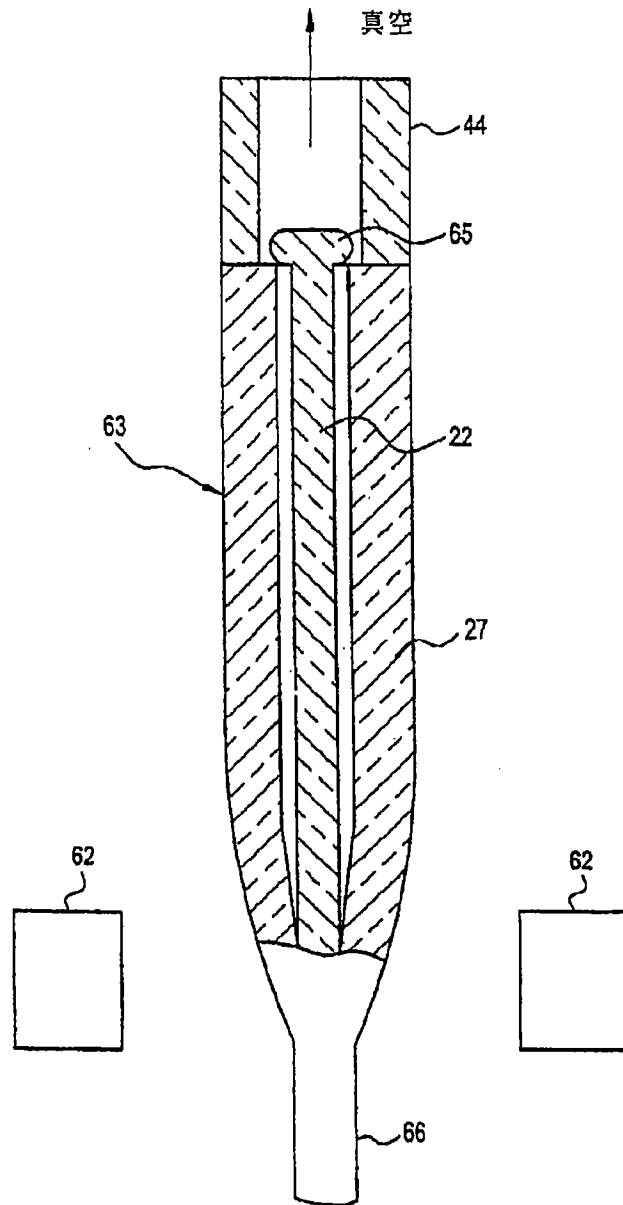
【图8】

图8



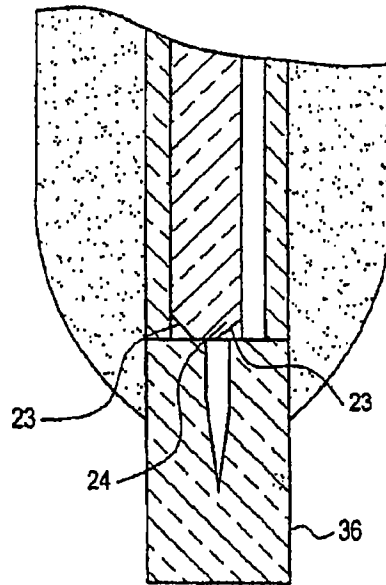
【図9】

図9



【図10】

図10



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US98/01639

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC(6) : C03B 37/027, 37/018

US CL : 65412, 328, 413, 421, 398, 397

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

U.S. : 65412

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 5,149,349 A (BERKEY et al) 22 September 1992, Figures 1-2, col. 2, lines 13-23, and cik 3, lines 7-14.	20-30
X — Y	US 4,668,263 A (YOKOTA et al) 26 May 1987, abstract.	1-2, 5-8, 13-14, 17, 19-20
Y	GB 2,038,311 A (SHINTANI et al), 23 July 1980, entire document.	3-4, 9-11, 15, 18, 20-29, 11, 21-29.

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	* ¹ later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
* ^A document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	* ² document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
* ^B earlier document published on or after the international filing date	* ³ document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
* ^C document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	* ⁴ document number of the same patent family
* ^D documents referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
* ^E document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search

23 MARCH 1998

Date of mailing of the international search report

23 APR 1998

Name and mailing address of the ISA/US
Commissioner of Patents and Trademarks
Box PCT
Washington, D.C. 20231

Facsimile No. (703) 305-3230

Authorized officer

JOHN HOFFMANN

Telephone No. (703) 308-0469

フロントページの続き

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE,
DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, L
U, MC, NL, PT, SE), AL, AM, AT, A
U, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH
, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
GB, GE, GH, HU, ID, IL, IS, JP, K
E, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS
, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW,
MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, S
E, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT
, UA, UG, UZ, VN, YU, ZW